

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO 465.506	(10) A 1
(21)	(22) FECHA DE PRESENTACION 28-12-1977	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

10 JUL. 1978

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO 30939 A/76	(32) FECHA 29-12-1976	(33) PAIS Italia
--	--------------------------	---------------------

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C07C	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
--------------------------	--	--

(64) TITULO DE LA INVENCIÓN

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE α, ω -DIALDEHIDOS SATURADOS E INSATURADOS"

(71) SOLICITANTE (S)

SNIA VISCOSA SOCIETA NAZIONALE INDUSTRIA APPLICAZIONI VISCOSA - S.p.A. (CASE (048)E Client's M-84)

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

18, Via Montebello, Milán, Italia

(72) INVENTOR (ES)

Francesco SICLARI, Pier Paolo ROSSI, Cesare GUAITA y Vito L'ACQUA

(73) TITULAR (ES)

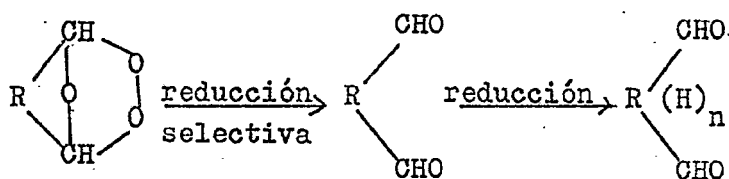
(74) REPRESENTANTE

DON FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ (P.-67.770)

jga

1 La invención se refiere a un procedimiento para
 la preparación de dialdehidos saturados e insaturados. Pa
 ra ser más exactos, esta invención tiene como objeto un
 procedimiento para la preparación de α,ω -dialdehidos sa
 5 turados e insaturados por reducción catalítica de los co-
 rrespondientes monoozónidos de cicloolefinas multiinsatu-
 radas. Los α,ω -dialdehidos así obtenidos constituyen
 también un objeto de esta invención.

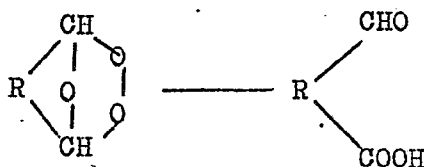
Diagramáticamente, la reacción es como sigue:



15 donde R representa una cadena olefínica con una o más in-
 saturaciones, mientras que $\text{R}(\text{H})_n$ representa la cadena pa-
 rafínica correspondiente.

Así, en su primera fase, la invención se refie-
 re a la reducción catalítica selectiva del grupo "ozónido"
 y no de los dobles enlaces de la cadena olefínica, mien-
 20 tras que en su segunda fase aquélla se refiere a la reduc-
 ción de los dobles enlaces $-\text{C}=\text{C}-$.

Adicionalmente, la invención se refiere a un mé-
 todo de obtención de rendimientos elevados de α,ω -dial-
 dehidos insaturados mientras que se evitan o se reducen al
 25 mínimo las reacciones secundarias indeseadas tales como la
 formación de ácido α,ω -aldehidos insaturados.



1 (R tiene el significado explicado anteriormente).

5 Los monoozónidos de las cicloolefinas multiinsaturadas pueden obtenerse por la monoozonización selectiva en dos disolventes, uno polar y el otro no polar, de las cicloolefinas multiinsaturadas de acuerdo con la metodología descrita en la patente italiana 998.227, por ejemplo.

10 La reducción selectiva de los monoozónidos a dialdehído insaturado puede llevarse a cabo directamente en la solución del ozónido en el disolvente polar resultante de la reacción de monoozonización, en la que dicho disolvente polar está constituido por un disolvente único o también por una mezcla de dos o más disolventes, tales como ácido acético y anhídrido acético, por ejemplo.

15 IMPORTANCIA INDUSTRIAL DE LOS PRODUCTOS DE LA INVENCION

20 Que se sepa, en el estado actual de la técnica en cuestión, los α, ω -dialdehídos insaturados y saturados sirven, ante todo, por ejemplo, como compuestos intermedios para la síntesis, por medio de procedimientos conocidos, de otros productos que a su vez son compuestos intermedios (tales como los diácidos y diaminas correspondientes), a partir de los cuales pueden obtenerse después los diversos tipos de nylon.

25 MÉTODOS CONOCIDOS PARA LA OBTENCION DE α, ω -ALDEHIDOS INSATURADOS Y SATURADOS QUE CONTIENEN 8, 10 ó 12 ATOMOS DE CARBONO

30 Los métodos conocidos para la obtención de α, ω -dialdehídos insaturados se refieren generalmente a preparaciones en escala de laboratorio.

Por ejemplo, en Bulletin Chem. Soc. Japan 36/II,

1 págs. 1390-2 (1963); se describe la preparación de dodeca-
dieno-4,8-dial(1,12) por tratamiento de ciclododecatrie-
no, primeramente con peróxido de hidrógeno y a continua-
ción con tetraacetato de plomo.

5 La preparación de dialdehidos insaturados se co-
noce también (Chem. Zentr. 1959/7631 y Chem. Zentr. 18,
1233 (1969)), asimismo por métodos en escala de laborato-
rio, en los que los ozónidos se reducen fácilmente a dial-
dehidos en presencia de un metal, el cual se utiliza, sin
10 embargo, en una cantidad tal que es al menos estequiomé-
trica y no catalítica. El método de Lycan y Adams (JACS
51, 625 (1929) y JACS 65, 752 (1943)), por ejemplo, es un
método típico que ha aplicado la Sociedad solicitante pa-
ra reducir el monoozónido de ciclododecatrieno con una
15 cantidad en exceso de zinc en polvo en ácido acético, por
cuyo método se obtienen rendimientos elevados de dodeca-
dieno-4,8-dial-(1,12).

Sin embargo, reduciendo catalíticamente los ozó-
nidos de las cicloolefinas monoinsaturadas con hidrógeno
20 en presencia de un catalizador de reducción (por ejemplo,
platino, paladio, etc.), a la vez que los dialdehidos se
producen también grandes cantidades de ácidos-aldehidos
(tanto como 30-40% en algunos casos). Por ejemplo, en la
patente de Du Pont (patente británica 709.450), en la re-
25 ducción del ozónido de ciclohexeno (cicloolefina monoin-
saturada) a dialdehido adípico los rendimientos no exce-
den del 70%.

Además, para obtener dialdehidos insaturados es
necesario que sea posible detener la hidrogenación tan --
30 pronto como desaparece la función peróxido, y también que

1 - el hidrógeno no sea absorbido por los dobles enlaces de la cadena olefínica al mismo tiempo (ambas condiciones son muy difíciles de controlar y regular).

DESCRIPCION DE LA INVENCION

5 La Sociedad Solicitante ha descubierto ahora inesperadamente (y esto constituye uno de los objetos de esta invención) que es posible obtener α, ω -dialdehídos insaturados por realización de la reducción de los mono-
10 ozónidos de cicloolefinas multiinsaturadas en una solución y en presencia de un sistema de catalizador constituido por:

(A) un metal noble, que puede ser paladio o platino, soportado sobre carbonato de calcio, alúmina, carbón, sulfato de bario, etc. y

15 (B) uno o más compuestos de un metal pesado tal como plomo, bismuto, etc.

El sistema de catalizador (B) puede añadirse a la solución del ozónido con arreglo a diversos procedimientos que dependen principalmente de la forma en que se encuentra dicho sistema de catalizador; por ejemplo, cuando
20 el compuesto de los metales pesados se halla en forma de sales solubles en el disolvente del ozónido (por ejemplo, acetatos), aquéllas se añaden directamente a la solución, mientras que cuando dicho compuesto está en forma de un
25 óxido aquéllas se añaden al catalizador de reducción, el cual es generalmente un metal noble depositado sobre un soporte; finalmente, un procedimiento adicional consiste en impregnar el metal noble así obtenido con una solución adecuada de una o más de estas sales de metales pesados.

30 La cantidad del sistema de catalizador que se --

1 emplea de acuerdo con la invención es preferiblemente co-
mo sigue: la cantidad en peso del componente (A) se man-
tiene entre 0,1% y 1% de la cantidad de monoozónido, mien-
tras que la cantidad de metal pesado puede variar desde
5 0,5 a 10 veces el peso del metal noble empleado de manera
que la reducción se detendrá en el dialdehído insaturado,
de acuerdo con la invención, y no actuará sobre los do-
bles enlaces olefínicos al propio tiempo.

10 La temperatura de reducción puede variar desde
una temperatura muy baja (siendo el límite la solidifica-
ción de los disolventes) hasta más de 100°C. En la prác-
tica, se ha encontrado que no es conveniente tener una --
temperatura demasiado baja, aparte de la necesidad de man-
tener la estabilidad del ozónido empleado, ya que la velo-
15 cidad de la reacción se ve muy frenada; ni tampoco es con-
veniente una temperatura excesivamente alta, dado que a
temperaturas altas los aldehídos insaturados tienden a su-
frir reacciones de polimerización y condensación, aun cuan-
do no se ha observado absorción alguna de hidrógeno sobre
20 los dobles enlaces hasta 100°C. La temperatura óptima de
hidrogenación varía generalmente, de acuerdo con la inven-
ción, desde 0° a 60°C, mientras que la presión varía desde
la presión ambiente hasta las 50 atmósferas.

25 La reducción selectiva de los monoozónidos de
las cicloolefinas a dialdehídos insaturados puede realizar-
se continuamente o por métodos discontinuos, a la presión
atmosférica o a una presión más alta; aquélla se realiza
discontinuamente a presión cargando en un autoclave de ace-
ro el sistema de catalizador y después la solución de ozó-
30 nido; se realiza continuamente introduciendo como alimenta

1 ción todos los componentes en el autoclave con sistemas
adecuados y dejando que transcurran los tiempos de carga,
los cuales varían con la velocidad de hidrogenación del
ozónido; si es necesario, en el último de estos dos casos
5 es posible utilizar más de un autoclave en serie a fin de
aumentar el grado de conversión del ozónido en dialdehido
insaturado.

10 Cuando la solución ya no absorbe más hidrógeno,
se quita la presión del autoclave y se separa por filtra-
ción el catalizador sólido. Este catalizador puede utili-
zarse de nuevo para una hidrogenación adicional de ozóni-
dos insaturados después de haber añadido nuevamente la to-
talidad o una parte del componente (B) del sistema de ca-
talizador.

15 Un objeto adicional de esta invención es prepa-
rar α, ω -dialdehidos saturados por medio de hidrogena-
ción de los dobles enlaces olefínicos de los dialdehidos
insaturados correspondientes obtenidos como se indica en
el texto precedente, por ejemplo.

20 Como la solución del dialdehido insaturado con-
tiene todavía el compuesto del metal pesado, éste último
tiene que separarse antes de llevar a cabo la hidrogena-
ción catalítica de los dobles enlaces. Esto se hace por
tratamiento del dialdehido insaturado en un disolvente or-
25 gánico con una resina cambiadora de ion acidificada con
ácido sulfúrico (del tipo "Amberlite", por ejemplo), sien-
do la cantidad tal que los equivalentes de ácido de la re-
sina sean iguales o mayores que los equivalentes del metal
utilizado como agente inhibidor. El tratamiento se lleva
30 a cabo óptimamente en un gas inerte. (N_2 , CO_2 , etc.) y pue

1 de efectuarse a una temperatura inferior a 70°C, pero pre-
feriblemente se realiza a la temperatura ambiente, con
agitación de la solución de dialdehído y resina o, de otro
5 modo, la solución del dialdehído se hará percolar a tra-
ves de la resina, la cual se habrá dispuesto previamente
de manera adecuada en una columna, por ejemplo. La solu-
ción de dialdehído insaturado se pone luego en un autocla-
ve en presencia de un catalizador de hidrogenación tal co-
mo paladio, platino, rodio, etc. y se hidrogena a una pre-
10 sión comprendida desde la presión ambiente hasta 50 atmós-
feras y a una temperatura que va desde 0° hasta 50°C. --
Cuando ha cesado la absorción de hidrógeno, se quita la
presión en el autoclave, se filtra la solución para sepa-
rar el catalizador y se evapora el disolvente; de este mo-
15 do se obtiene el dialdehído saturado.

El tratamiento de descationización puede seguir-
se también por lavado del dialdehído insaturado con agua;
en este caso, es necesario evaporar el disolvente orgáni-
co, el cual es generalmente miscible con el agua, y lle-
20 var a cabo el lavado con agua sobre el residuo constitui-
do por el dialdehído insaturado; a fin de aumentar la ve-
locidad de separación de las fases acuosa y orgánica, el
dialdehído insaturado se puede disolver en un disolvente
insoluble en agua, tal como benzol, toluol, xilol, tetra-
25 cloruro de carbono, cloroformo, etc.

Por lavado del dialdehído insaturado con agua
se obtiene una mayor velocidad de hidrogenación de los do-
bles enlaces que la obtenida con el dialdehído sin lavar
con agua. Los ejemplos que siguen tienen fines ilustrati-
30 vos, pero no son limitantes.

1 EJEMPLO 1Reducción del monoozónido de ciclododecatrieno
(CDT) a dodecadieno-4,8-dial-(1,12)

5 Se preparó el monoozónido de ciclododecatrieno
por métodos conocidos, tales como el descrito en la paten-
te italiana 998.227, por ozonización continua del CDT en
una mezcla de disolventes constituida por ácido acético
y aceite de vaselina, la cual formaba la fase estaciona-
ria del reactor de ozonización. Se dosificaron 340 g/ho-
10 ra de c,t,t-1,5,9-ciclododecatrieno, 100 g/hora de ozono
y 1315 g/hora de ácido acético que contenía 5% de agua.
La solución de ozónido se separó continuamente, formando
una solución en ácido acético que contenía todavía peque-
ñas cantidades de ciclododecatrieno sin reaccionar y acei-
15 te de vaselina, los cuales se separaron por extracción --
con ciclohexano. A partir del título yodométrico, se cal-
culó que la solución contenía 23,9% de ozónido de CDT.

En un autoclave de 8 litros, que se agitó mecá-
nicamente, se introdujeron, en atmósfera de nitrógeno,
20 500 cm³ de ácido acético al 95% que contenía 1,91 g de --
acetato de plomo trihidratado y 20 g de paladio al 5% so-
bre alúmina. El autoclave se lavó con nitrógeno y luego
con hidrógeno, y por último la presión de hidrógeno se --
elevó a 20 atmósferas a una temperatura de 20°C. Por me-
25 dio de una bomba de pistones se cargaron en el autoclave,
a un ritmo de 1000 g/hora, 3890 g de monoozónido de CDT
en una solución acética tal como la obtenida a partir de
la ozonización y la extracción previamente descritas. La
temperatura se mantuvo a 25°C haciendo circular agua a
30 15°C en un serpentín de acero inoxidable dispuesto dentro

1 del autoclave.

La presión se estabilizó a 10 atmósferas 30 minutos después de completarse la carga de la solución de ozónido, después de lo cual se dejó aquella durante 30 minutos más a 20 atmósferas y a 25°C sin que se observase ninguna absorción adicional de hidrógeno.

5 La solución se descargó a través de un filtro a fin de retener el catalizador de paladio, después de lo cual aquella se trató a la temperatura ambiente durante 10 60 minutos con 10 cm³ de resina sulfónica "Amberlite" húmeda.

La solución acética de dialdehído insaturado así obtenida se evaporó después a vacío. El residuo se lavó con agua para separar las últimas cantidades de ácido acético, y se secó después nuevamente a vacío.

15 Se obtuvieron así 961,58 g de residuo de dialdehído con las características analíticas siguientes:

$$\text{CHO} = 9,4 \text{ miliequivalentes/gramo (meq/g);}$$

$$\text{H}^+ = 0,53 \text{ meq/g}$$

20 Se obtiene dodecadieno-4,8-dial-(1,12) puro por destilación del producto de reducción; el producto hierve a 101°C a un vacío de 0,07 mm Hg. El producto destilado tiene el análisis siguiente:

$$\text{CHO} = 10,16 \text{ meq/g (teórico, 10,3);}$$

$$25 \quad \text{H}^+ = 0,08 \text{ meq/g (teórico,)}$$

Las características físicas de este producto son como sigue:

$$n_{20}^D = 1,4789 \text{ (según las Tablas, 1,4799); } D_{20} = 0,956 \text{ (según las Tablas, 0,9625).}$$

30 EJEMPLO 2

1 REDUCCION DEL MONOOZONIDO DE CDT A DODECADIENO-4,8-
 DIAL-(1,12). Disolvente: ácido acético y anhídrido
 acético

5 Se preparó el monoozónido de CDT por métodos
 conocidos mediante la ozonización de ciclododecatrieno
 en una mezcla de disolventes constituida por aceite de va
 selina, ácido acético y anhídrido acético.

10 La solución del monoozónido obtenida por ozoni-
 zación continua se trató con ciclohexano para extraer las
 pequeñas cantidades de aceite de vaselina y CDT sin reac-
 cionar presentes. Después de este tratamiento, la solu-
 ción tenía la composición siguiente:

15	monoozónido de CDT	25,67%
	ácido acético	25,67%
	anhídrido acético	43,65%
	ciclohexano	5,0%

20 En el autoclave de 8 litros descrito en el Ejemplo 1 se
 introdujeron 500 cm³ de ácido acético glacial, 20 g de
 una solución al 10% de acetato de plomo trihidratado y 20
 g de paladio al 5% sobre un soporte de alúmina.

 El autoclave se llenó con hidrógeno, y a una
 temperatura de 20°C se bombearon en el mismo 3630 g de la
 solución de ozónido a un ritmo de 1000 g/hora, mantenién-
 dose la presión interna del autoclave a 20 atmósferas.

25 Cuando se hubo completado la carga de la solu-
 ción de ozónido, se continuó la hidrogenación durante 30
 minutos más y luego, cuando se hubo comprobado que había
 cesado la absorción de hidrógeno, se descargó el producto
 a través de un filtro y se trató mientras que se agitaba
30 durante una hora con 10 cm³ de resina "Amberlite", evapo-

1 rándose después para dejar una película delgada a vacío.

El residuo restante se disolvió en un poco de toluol, se lavó con agua y se evaporó otra vez para dejar una película delgada. Se obtuvieron así 960,41 g, con las características de:

5 CHO = 9,30 meq/g; H⁺ = 0,64 meq/g

EJEMPLO 3

REDUCCION DEL MONOOZONIDO DE CICLOOCTADIENO

(COD) A OCTEN-4-DIAL-(1,8)

10 Se preparó el monoozónido de ciclooctadieno por métodos conocidos, en ácido acético y ciclohexano, a partir de ciclooctadieno y ozono. 500 g de la solución del monoozónido así obtenida, que tenía la composición siguiente:

15 monoozónido de COD = 16,23% en peso
 ácido acético = 73,77% " "
 agua = 5,0% " "
 ciclohexano = 5,0% " "

20 se introdujeron junto con 0,238 g de acetato de plomo trihidratado y 2,5 g de paladio al 5% sobre un soporte de carbón en un autoclave que se agitaba constantemente.

La hidrogenación del grupo peróxido se llevó a cabo a 100°C bajo una presión de 5 atmósferas de hidrógeno. Cuando hubo cesado la absorción de hidrógeno y se hubo separado el catalizador por filtración, la solución se trató a 100°C durante 1 hora con 2 cm³ de resina de intercambio de ion "Amberlite IR 120". El residuo se separó por filtración y el disolvente se evaporó para dar una película delgada a vacío, proporcionando así 73,5 g (teórico, 72,8) de un residuo que tenía las características analíti-

1 cas siguientes:

acidez (meq/g) 0,87

aldehidos (meq/g) 13,4

dobles enlaces (milimoles de H₂/g) 7,2

5 EJEMPLOS 4 a 16 INCLUSIVE

Los ejemplos 4 a 16 inclusive son ejemplos para fines comparativos. De un modo más detallado, los ejemplos 4 y 5 se llevaron a cabo por reducción del monoozónido de CDT con zinc en polvo; este sistema presupone un consumo elevado de reactivo, pero se conoce en la técnica que es uno de los medios más eficientes para la reducción de ozónidos a dialdehidos.

10

En el Ejemplo 6, el ozónido se redujo con hidrógeno utilizando paladio soportado sobre alúmina como catalizador, es decir un catalizador de reducción tradicional. Como puede verse, el porcentaje de dodecadieno-4,8-dialdehido-(1,12) obtenido es despreciable.

15

En los Ejemplos 7 a 11 inclusive se emplearon diversos tipos de catalizadores compuestos. De entre todos ellos, únicamente el uso de PtO₂ y Zn(CH₃COO)₂, y PtO₂ y SODM (sulfóxido de dimetilo) proporcionó un rendimiento satisfactorio de dialdehido-12 insaturado. Los Ejemplos 12 a 16 inclusive se llevaron a cabo con catalizadores de paladio en presencia de cantidades variables de acetato de plomo para establecer la eficiencia del acetato de plomo en diversas proporciones. Todos estos datos se han recogido en la Tabla I, en la que ACAC es ácido acético.

20

25

30

TABLA Nº I

Ejemplo Nº	Catalizador		Condiciones				H ₂ absorbido, moles H ₂ /moles de ozónido	Producto obtenido (dodecadieno-4,8- dial-1,12), moles por cada 100 de monoozónido de CDT
	% sobre producto		Disolvente	Tempe- ratura, °C	Presión, atmós- feras	Minutos		
4	Zn en polvo	100	EtOH-H ₂ O	0	amb.	-	no determi- nable	90,5%
5	Zn en polvo	80	EtOH-H ₂ O	5	amb.	-	no determi- nable	89,4%
6	Pd, 5% sobre Al ₂ O ₃	5	AC AC	22	amb.	115'	3,4	3,4%
7	PtO ₂ + FeSO ₄	2 + 2	AC AC	24	amb.	155'	1,55	8,6%
8	PtO ₂ + Zn(CH ₃ COO) ₂	4 + 16	AC AC	27	amb.	60'	1,23	64,9%
9	Pt, 5% sobre C + Zn(CH ₃ COO) ₂	4 + 16	AC AC	28	amb.	85'	0,7	47,1%
10	PtO ₂ + SOLM	2 + 30	AC AC	21	amb.	375'	1,84	61,4%
11	Pd, 5% sobre Al ₂ O ₃ + SOLM	2 + 30	AC AC	21	amb.	2004'	1,34	50,5%

TABLA Nº I (cont.)

Ejemplo Nº	Catalizador	Condiciones				H ₂ absorbido, moles H ₂ /moles de ozónido	Producto obtenido (dodecadieno-4,8- dial-1,12), moles por cada 100 de monoozónido de CDT
		Disolvente	Tempe- ratura, °C	Presión, atmós- feras	Minutos		
12	Pd, 5% sobre Al ₂ O ₃ + Pb(CH ₃ COO) ₂	AC AC	20	amb.	60'	1,06	92,9%
13	Pd, 5% sobre C +Pb(CH ₃ COO) ₂	AC AC	20	amb.	60'	1,06	92,1%
14	Pd, 5% sobre C +Pb(CH ₃ COO) ₂	AC AC	20	amb.	60'	1	86,6%
15	Pd, 5% sobre C +Pb(CH ₃ COO) ₂	AC AC	20	amb.	60'	0,97	85%
16	Pd, 5% sobre C +Pb(CH ₃ COO) ₂	AC AC	20	amb.	130'	1,7	50,5%

1 EJEMPLOS 17 y 18

Paralelamente a los ensayos que se muestran en los Ejemplos 4 a 16 inclusive, se ensayaron también otros metales venenosos además del plomo. Se encontró que era particularmente eficiente el cadmio, siéndolo ligeramente menos el antimonio, como puede verse en:

5
10

15

20

25

30

13018

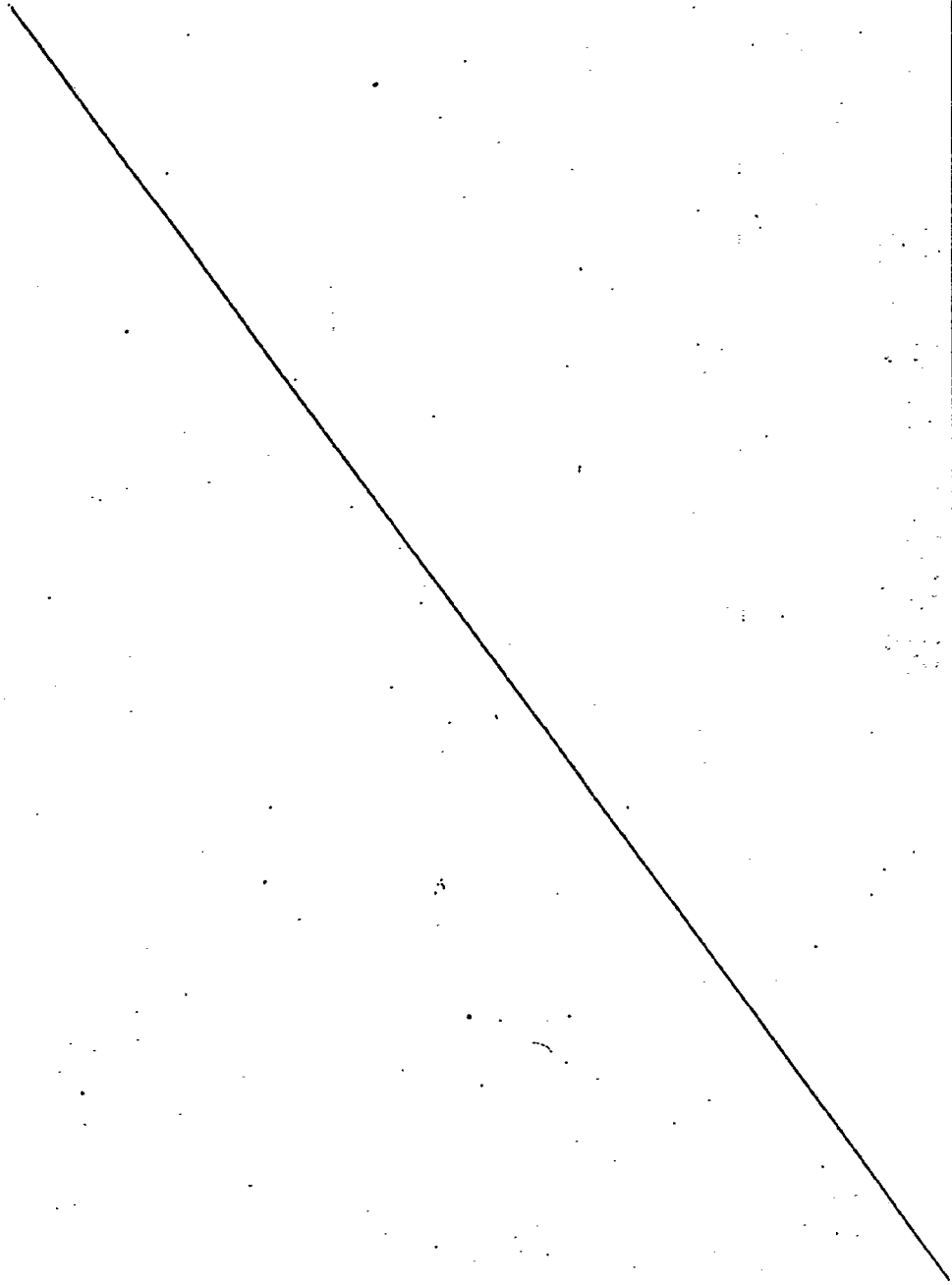
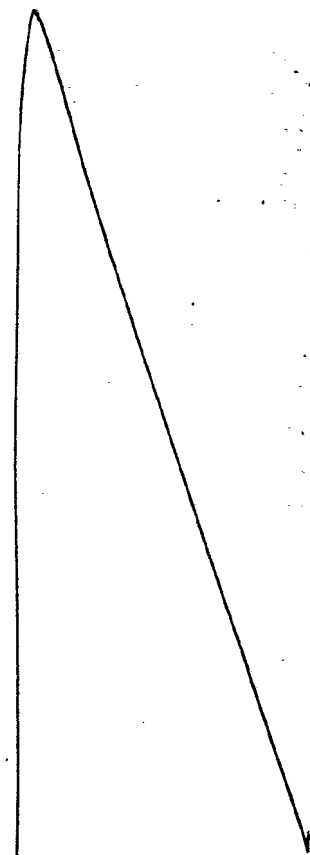


TABLA No. 2

Número	Catalizador	% sobre producto	Disolvente	Temp. °C	Presión	Minutos	H ₂ absorbido	Producto obtenido
17	Pd/Al ₂ O ₃ + Ca(CH ₂ COO) ₂ · H ₂ O	4 + 0,50	AC.AC 85%	27	Amb.	240'	1,51	89,0%
18	Pd/Al ₂ O ₃ + Sb ₂ O ₃	4 + 0,27	AC.AC 85%	30	Amb.	90'	1,28	84,5%



1 - EJEMPLO 19REDUCCION DE DODECADIENO-4,8-DIAL-(1,12) A DO-
DECANODIAL-(1,12)

5 Se disolvieron 150,4 g de dodecadieno-4,8-dial-
-(1,12) destilado (grupos CHO, 10,15 meq/g; grupos COOH
0,12 meq/g; dobles enlaces 10,15 meq/g) en 350 cm³ de al-
cohol metílico. La solución se puso en un autoclave y se
hidrogenó a 4 atm de H₂ a una temperatura de 20-30°C en
10 presencia de 3,5 g de paladio al 5% sobre alúmina. La des-
carga del autoclave se filtró y se mantuvo a 0°C. Al ca-
bo de una noche, se separaron por precipitación 134,5 g
de dodecanodial-(1,12) (punto de fusión 36-38°C; grupos
CHO = 9,94 meq/g; grupos COOH = 0,092 meq/g; dobles enla-
ces = trazas).

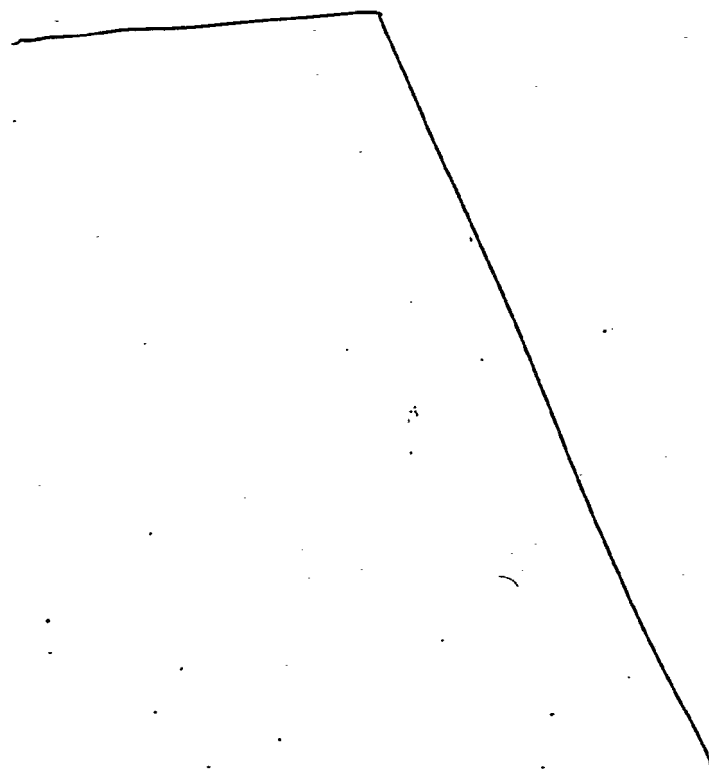
15

20

25

30

13018



1

REIVINDICACIONES

5

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

1ª.- Un procedimiento para la preparación de α, ω -dialdehidos saturados e insaturados, caracterizado por el hecho de que, a) cuando se desea preparar un α, ω -dialdehido insaturado, el monoozónido de la cicloolefina correspondiente sufre hidrogenación en una solución y en presencia de un sistema de catalizador que comprende (A) un metal noble seleccionado de entre paladio o platino y soportado por un soporte adecuado tal como alúmina, carbón o sulfato de bario, y (B) uno o más compuestos de un metal pesado; mientras que b) cuando se desea preparar un α, ω -dialdehido saturado, el α, ω -dialdehido insaturado obtenido en a) arriba sufre una hidrogenación catalítica adicional en un disolvente orgánico, después de separar el componente (B) del sistema catalítico por medio de un tratamiento con una resina cambiadora de ion acidificada con ácido sulfúrico, encontrándose la resina en una cantidad tal que los equivalentes de ácido de la resina son al menos iguales a los equivalentes del metal pesado en el componente (B) del sistema catalítico.

15

20

25

30

2ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación anterior, caracterizado por el hecho de que el componente (A) del sistema de catalizador se utiliza en una cantidad que asciende a entre 0,1% y 1% del monoozóni-

1 do en peso.

5 3^a.- Un procedimiento de acuerdo con una de --
las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el he-
cho de que el componente (B) del sistema de catalizador
se utiliza en una cantidad comprendida entre 50% y 1000%
del peso del equivalente del metal empleado en el compo-
nente (A).

10 4^a.- Un procedimiento de acuerdo con las rei-
vindicações 1^a a 3^a inclusive, caracterizado por el he-
cho de que el componente (B) del sistema de catalizador
se añade directamente a la solución en la forma de una --
sal soluble en el disolvente del ozónido.

15 5^a.- Un procedimiento de acuerdo con al menos
una de las reivindicaciones 1^a a 3^a inclusive, caracteri-
zado por el hecho de que el componente (B) del sistema de
catalizador se utiliza en la forma de un óxido.

20 6^a.- Un procedimiento de acuerdo con al menos
una de las reivindicaciones 1^a a 3^a inclusive, caracteri-
zado por el hecho de que el componente (A) del sistema de
catalizador se impregna con una solución del componente
(B) de dicho sistema.

25 7^a.- Un procedimiento de acuerdo con una de las
reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho
de que se emplea un compuesto de plomo, bismuto o cadmio
como el compuesto de metal pesado.

30 8^a.- Un procedimiento de acuerdo con al menos
una de las reivindicaciones 1^a a 7^a inclusive, caracteri-
zado por el hecho de que la reducción selectiva se lleva
a cabo a una temperatura comprendida entre la temperatura
de solidificación de la solución y 100°C, quizás bajo pre

1 sión.

5 9ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación anterior, caracterizado por el hecho de que el mismo se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 0º y 60ºC y a una presión comprendida entre 1 y 50 atmósferas.

10 10ª.- Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que la hidrogenación del aldehído insaturado a aldehído saturado se lleva a cabo en presencia de un catalizador seleccionado de entre paladio, platino o rodio.

15 11ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación anterior, caracterizado por el hecho de que dicha hidrogenación se realiza a una presión comprendida entre 1 y 50 atmósferas y a una temperatura de 0º a 50ºC.

20 12ª.- Un procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por el hecho de que, antes de sufrir la hidrogenación, el dialdehído insaturado se lava con agua.

25 13ª.- "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE α,ω -DIALDEHIDOS SATURADOS E INSATURADOS".

Tal y como se ha descrito en la Memoria que an-

30

30

1 tecedo y con los fines que se han especificado.

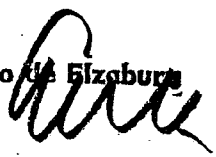
Esta Memoria consta de veintiuna hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 02.MAR.1978

5

P.A.

Fernando de Elizaburu
Por Poder.



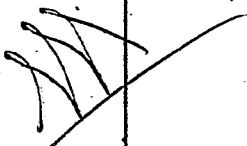
10

15

20

25

JAC



30

13018